

and used to remove heat from the reactor produced by the exothermic reaction. The moisture content of the glyphosate wet cake, the design of the mixer including a preferred close tolerance relation between the inner walls of the reactor and its mixing impellers together with the relative location of the ammonia gas inlet in the mixer/reactor and maintenance of a reaction temperature of about 60°C or below are important process variables. The ammonium glyphosate thereby produced is a highly sorptive, water-soluble powder suitable for end use as a plant growth regulator or as a herbicide without further processing. Due to the highly sorptive character of the reaction product, however, it is particularly well-suited for further formulation to absorb/adsorb an exceptionally high level of adjuvants such as wetting agents, anti-foaming agents and, in particular, surfactants.

**Abstract of CN1192743A**

Solid N-phosphonomethylglycine or glyphosate acid is charged to a substantially closed system and then partially pre-dried as by continuously recirculating it through a hot air grinding/drying system. A cooled solution of ammonium hydroxide is then metered into and reacted with the partially dried glyphosate acid as it is being recirculated in a manner such that the moisture content of the reaction mass so formed is continuously decreased throughout the reaction. Following completion of the ammonium hydroxide addition, a powdered reaction mass/product having a moisture content of about 2 wt.% is formed. Significantly, at this stage, the ammonium glyphosate product is suitable for end use and it can be readily dissolved in water and immediately used as a herbicide or plant growth regulator. More importantly, however, this product is capable due to its highly sorptive character to be further formulated into a product exceptionally highly loaded with adjuvants and particularly surfactants.

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl.<sup>6</sup>

C07F 9/38



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96196134.1

[43]公开日 1998 年 9 月 9 日

[11] 公开号 CN 1192743A

[22]申请日 96.3.5

[30]优先权

[32]95.6.7 [33]US[31]08/472,152

[86]国际申请 PCT/US96/03081 96.3.5

[87]国际公布 WO96/40696 英 96.12.19

[85]进入国家阶段日期 98.2.6

[71]申请人 孟山都公司

地址 美国密苏里州

[72]发明人 T·M·戴 J·L·吉勒斯皮

R·M·克拉梅尔 小 R·E·林德曼

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 马崇德 杨九昌

权利要求书 2 页 说明书 9 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 在液-固体反应系统中用氢氧化铵水溶液制备草甘膦酸铵

[57]摘要

将固体 N-磷酸基甲基甘氨酸或草甘膦酸装载到实质上封闭的系统中, 然后经热风研磨/干燥系统使它连续地再循环而部分预干燥。计量加入氢氧化铵冷溶液并与部分干燥的草甘膦酸反应, 同时以能使得如此形成的反应物料的水分含量在全部反应中连续地降低的方式再循环。氢氧化氨加完后, 形成含重量百分含量约 2% 水分的之粉状反应物料/产物。重要地, 在此阶段, 草甘膦酸铵产物适于最终使用, 而且易溶于水并立即可用作除草剂或植物生长调节剂。然而, 更重要地, 由于其高吸收特征, 此产物与辅料、特别是表面活性剂一块可进一步调配成出乎预料高负载产品。

(BJ)第 1456 号

## 权 利 要 求 书

- 1.一种制备可高度装载一种或多种辅料的干燥 N - 膦酰基甲基甘胺  
酸铵植毒性组合物的方法, 该法包含在常规反应器系统中将 N - 膦酰基  
甲基甘胺酸与水性氢氧化铵反应, 生成反应物料, 使得该反应物料的水  
5 份含量在全部反应中持续降低。
- 2.权利要求 1 的方法, 该法进一步包含在与所述氢氧化铵反应前干燥  
所述 N - 膦酰基甲基甘胺酸的步骤。
- 3.权利要求 1 的方法, 其中所述氢氧化铵与所述 N - 膦酰基甲基甘  
胺酸以大约等摩尔量反应。
- 10 4.权利要求 1 的方法, 其中反应在常规掺合装置中进行, 如在螺条掺  
合器中进行。
- 5.权利要求 1 的方法, 其中通过吹风研磨机或同等物, 使用加热到大  
约 150°F 至大约 300°F 的空气, 循环所述反应物料, 而使所述反应物料  
的水份含量在全部反应过程中持续降低。
- 15 6.权利要求 2 的方法, 其中所述的干燥通过吹风研磨系统或同等物,  
使用加热到大约 230°F 至大约 280°F 的空气, 循环所述 N - 膦酰基甲基甘  
氨酸来完成。
- 7.权利要求 1 的方法, 其中所述氢氧化铵为任何商业可得的氨水溶  
液。
- 20 8.权利要求 1 的方法, 其中所述 N - 膦酰基甲基甘胺酸的水份含量  
在大约 7 重量% 至大约 20 重量% 范围内。
- 9.权利要求 5 的方法, 其中空气加热到大约 150°F 至约 200°F 的范围  
内。
- 10.权利要求 1 的方法, 其中在所述的反应结束时所述反应物料的所  
25 述水份含量少于约 2 重量%。
- 11.权利要求 2 的方法, 其中氨与 N - 膦酰基甲基甘胺酸在所述反应  
物料中的摩尔比为大约 0.95: 1.0 至 1.05: 1.0。
- 12.权利要求 2 的方法, 其中所述的反应器系统包含至少一个常规掺  
合器与热风干燥器, 而且其中所述 N - 膦酰基甲基甘胺酸通过所述反应  
30 器系统进行循环而干燥, 所述的反应器系统加热到大约 250°F 至大约  
280°F, 直到其水份含量降至约 6 重量% 或更低。
- 13.权利要求 2 的方法, 其中所述氢氧化铵溶液为含约 29 重量% 氨阳

离子的水溶液。

14.一种制备植毒性草甘膦酸铵的方法，包含：

(a) 在适当的反应器系统中装入第一种摩尔量草甘膦酸湿块，该草甘膦酸湿块的水份含量最多为大约 20 重量%；

5 (b) 将与所述第一摩尔量等量的第二摩尔量氢氧化铵引入到含所述草甘膦酸的反应器系统中；及

(c) 控制发生于所述草甘膦酸与所述氢氧化铵间的反应，使得这样生成的反应物料/产物中的水份含量一致地降低。

10 15.权利要求 14 的方法，该法进一步包括预先干燥所述草甘膦酸的步骤，以便在所述氢氧化铵引入前，使水份含量降到大约 5 重量%至大约 8 重量%。

16.权利要求 15 的方法，其中所述预先干燥步骤通过热风干燥器循环所述草甘膦酸而完成，热风干燥器是所述反应器系统的一部份。

15 17.权利要求 16 的方法，其中在所述预先干燥期间所述热风干燥器内的空气温度为大约 200°F 至约 300°F。

18.权利要求 17 的方法，其中所述草甘膦酸在引入所述氢氧化铵步骤中，通过所述反应器系统的热风干燥器持续循环，而且其中在所述氢氧化铵引入前，所述热风干燥器内的温度降到大约 150°F 至大约 180°F，并且维持该温度直到所述氢氧化氨加完。

20 19.权利要求 18 的方法，其中所述氢氧化铵首先冷却到大约 40°F 至大约 50°F，然后引入到所述反应器系统中，并且以粗粒喷射的形式与所述草甘膦酸反应。

20.权利要求 19 的方法，其中所述反应物料/产物含有大约 2 重量%或更少的水份，为高吸收性、自由流动的粉末。

## 说明书

### 在液-固体反应系统中用氢氧化铵水 溶液制备草甘膦酸铵

#### 5 发明的领域

本发明涉及干燥、非块状除草剂组合物与此组合物之制法。更特定言之，本发明涉及草甘膦酸铵除草剂，涉及制造易溶于水并可用以制备高负载、含辅料干燥/固体草甘膦组合物的固体草甘膦酸铵产物的有效方法。

#### 10 相关领域的说明

N-膦酰基甲基甘胺酸[ $\text{HOOCCH}_2\text{NHCH}_2\text{PO}(\text{OH})_2$ ]，一般称为草甘膦酸或简称草甘膦，在本领域中已知为非常有效之除草剂。亦已知有机酸草甘膦在水中的溶解度相对低。因此，草甘膦一般配制成水溶性盐，特别是配制成单异丙胺（IPA）盐，以杀死或控制杂草或植物。草甘膦由密苏里州（美国）圣路易斯的孟山都公司以注册商标 Roundup<sup>®</sup>，以它的 IPA 盐形式的水性浓缩物作为商业销售。

草甘膦的各种盐、草甘膦盐类的制法、草甘膦的制剂、及杀灭与控制杂草与植物的使用方法，分别公开于 1974 年 3 月 26 日与 1983 年 9 月 20 日授予约翰 E. 法兰兹的美国专利 3,799,758 与 4,405,531 中。公开了草甘膦盐的其他美国专利包括 1982 年 2 月 16 日授予乔治 B. 拉吉的美国专利 4,315,765、1985 年 3 月 26 日授予艾隆克巴克尔的美国专利 4,507,250、1983 年 8 月 9 日授予艾隆克巴克尔的美国专利 4,397,676、1984 年 11 月 6 日授予麦可 P. 普里斯比拉的美国专利 4,481,026、与 1979 年 2 月 20 日授予而哈德 J. 普瑞尔的美国专利 4,140,513。所有以上专利在此全部并入作为参考文献。

Roundup<sup>®</sup> 商标除草剂以水溶性液体浓缩物销售。然而，近来致力于开发具有 Roundup<sup>®</sup> 同等效果的水溶性干燥/固体草甘膦制剂。构成这些努力的常规原因是希望固体制剂对液体在包装、运送与储存都比液体制剂节省成本。如所了解，水性浓缩物包含了大量的溶剂，从而增大了包装容器的体积与重量，并且增加了产品制造后输送上市的成本。

不大明显的益处亦存在于制造水溶性、干燥草甘膦之优点中。即颗粒制剂据信可提供优异的处理特征（即，溢出性受控制），并且预期轻

很多及运送较方便（经常为手携），从而使产物更好地适于远距离地域使用。

然而，制造固体粒状草甘膦制剂需要克服一些固有的缺点，这些缺点主要因为由液体与固体反应物的组合制造固体产品比从相同反应物在溶液中制造产物，增加生产成本和相对复杂性。

含固体水溶性草甘膦盐组合物的许多制法为已知的。例如，在 1991 年 9 月 10 日授予 Djafar 的美国专利 5,047,079，揭示了制备包含掺合高吸湿异丙胺盐与熔化的表面活性剂以形成基质的植毒素组合物的方法，此表面活性剂在环境温度下为固体。

1991 年 12 月 3 日授予秦等人的美国专利 5,070,197，揭示一种挤制法，其中布郎斯台德酸，例如，N-膦酰基甲基甘胺酸，在挤制器中与氢氧化钠紧密地掺合，以制造残余水份含量不大于 10 % 的粒状挤制物。涉及干燥草甘膦酸钠组合物制造的另一方法，虽然不涉及挤制，揭示于 PCT 申请公告 WO 87/04595。

在 1993 年 11 月 30 日授予坎皮恩等人的美国专利 5,266,553 中，揭示了制备噻草平或含羧酸功能基除草剂的干燥、水溶性盐类，该法包括使用中和碱反复处理盐，中和碱选自氨、烷胺、羟基烷胺、硷金属的硷性盐及它们的组合。

在 1993 年 5 月 19 日提交并转让给 Productos Osa SACIFIA 的法国专利公告 2,692,439 中，一般叙述了包含如粉末状或颗粒状 N-膦酰基甲基甘胺酸的单铵盐与保湿剂、表面活性剂和/或粉碎添加剂联合构成的植毒性制品。如参考资料所例示，草甘膦酸与碳酸氢铵反应生成单铵盐。

1994 年 6 月 28 日授予莫瑞诺等人的美国专利 5,324,708 揭示了制备与使用如干燥粉末形式 N-(膦酰基-甲基)-甘胺酸单异丙铵盐与(3-氨基-3-羧基丙基)-甲烷磷酸单异丙铵盐一类非吸湿草甘膦酸单铵盐组合物与相关方法[照抄]。

在 1994 年 5 月 26 日授予的 PCT 申请公告 WO 94/10844 中，揭示了干燥的草甘膦组合物，其中 N-膦酰基甲基甘胺酸特别掺合了如磷酸二铵一类的无机硷或有机、非苛性硷物质，或如乙酸胍一类的硷性胍盐。

1990 年 10 月 24 日公开的 EPO 申请公告 0394211 公开了包含干燥杀虫害组合物及相关使用与制造方法的发明。更特别地，此发明通过加有效量有机聚硅氧嵌段共聚物或氟烃润湿剂增大杀虫害组合物的溶解度。

在 1990 年 7 月 12 日公开的 PCT 申请公告 WO 90/07275 中，公开了通过掺合、盘粒化、干燥、喷雾与挤制来制造粒状、水溶性草甘膦组合物的方法。

5 在 1992 年 8 月 6 日公开的 PCT 申请公告 WO 92/12637 中，公开了有关包含实质上未反应的草甘膦、乙酸钠一类的酸受体、以及液体或固体表面活性剂的组合物的干燥、水溶性草甘膦的发明。

所有上述专利与公告在此均作为参考文献。

10 所述相关技术显示大量努力已朝向制造与使用干燥草甘膦制剂组合物及相关方法。然而，以上所示的参考资料均未揭示制造干燥、可水分散、水溶性、而且显著非吸湿性草甘膦铵组合物的实用方法，该组合物应在制造规模和可接受的成本下，由 N - 膦酰基甲基甘氨酸与相对便宜的水性氢氧化铵制造并应为具有吸收/吸附出乎预料的高水平辅料的性能。

15 因此，需要本发明的技术来解决已知技术并未满足的需求，同时达到这些及其他目标。

#### 本发明的概要

20 本发明满足了现有技术未解决的需求，提供了非常希望的草甘膦铵干燥植物生长调节剂/除草剂组合物与制造该组合物的新颖方法，通过克服迄今未知及未公开过的限制，克服了前面讨论过的已知干燥组合物及相关方法的缺点。

依照本发明，草甘膦酸装入，例如，螺旋混合机一类的适当掺合器中并在此掺合，如果需要，然后经热风研磨/干燥系统再循环而部份预干燥。

25 酸连续再循环的同时，以特定及严格之速率通过喷射加入冷却的氢氧化氨溶液，使之与酸反应。加入指定量之氢氧化氨后，粉末状的反应物料/产物适于作为除草剂或植物生长调节剂最终使用。

30 此外，而且更重要地，由于其高吸收特征，粉状反应产物可进一步配制以吸收/吸附湿润剂、防沫剂、及特别是表面活性剂组合物一类特别高水平辅料。因此，如此配制时，形成非常有用及非常希望的辅料负载产物，该产品与需要更昂贵原料的现有技术产品一样优秀及有效。

根据意愿，粉状反应产物或辅料负载产物可被制粒，提供自由流动（即，非结块）、实质无尘、及水溶性草甘膦铵除草剂和/或植物生长调

节剂。

使用粉状反应产物仍进行进一步任选的操作。例如，在包装前粉末可进一步研磨和/或干燥。本发明达到的显著优点是相对简单、成本较低、而且事实上不需高度专门化的装置来实施本发明。因此，在有常规混合和研磨/磨碎装置的地方，便可将本发明在商业规模上有效地实施，制造非常高质量的干燥草甘膦铵产物。

#### 图式简要说明

图 1 为描述依照本发明制备干燥草甘膦酸铵的方法略图。

#### 优选的具体方案的详细说明

10 本发明涉及氢氧化铵与 N - 膦酰基甲基甘氨酸（草甘膦酸）反应产生草甘膦酸铵粉末的新方法，后者以制得的形态或以颗粒形可被用作关键原料，或在粒化的表面活性剂负载干燥草甘膦组合物的制剂中用作起始物质。

直到现在，还没有使用水性氢氧化铵制造可进一步调配以吸收/吸附出乎意料高水平辅料的干燥草甘膦酸铵粉末的相对便宜、有效并实用的方法。

倒是开发了各种替代的而且优点不多的方法，使用这些方法制造干燥的粉状草甘膦酸铵和草甘膦酸钠一类的草甘膦酸硷金属盐。例如，分别如上面 PCT 申请公告 WO 92/12637 与美国专利 5,070,197 所述，通过 20 乙酸钠与草甘膦酸反应，或通过草甘膦酸与氢氧化钠挤制，已经生产了草甘膦酸钠。

直到现在，虽然草甘膦酸钠颗粒与粉末已提供了令人满意的干燥草甘膦组合物。然而，与草甘膦酸铵盐组合物比较时，钠盐为更具吸湿性，表示其不抗周围湿度。因此，认为草甘膦酸钠盐被处理成干燥组合物更 25 困难及更昂贵，而且一旦这样做了，就会有较大黏聚趋势，造成终产物的不期望的“结块”。

由于氨与钠之相对分子量，草甘膦酸钠盐组合物也比相对的草甘膦酸铵盐组合物具有较低浓度的活性草甘膦。此外，每磅钠阳离子的成本远比得到铵阳离子的成本昂贵。因此，草甘膦酸钠组合物的相对缺点较 30 明显。

如前所示，已知一些制造干燥草甘膦酸铵的固体/固体反应方法。例如，上述法国公告 2,692,439 所述的方法中以草甘膦酸与碳酸氢铵反应，



据信可生成干燥的草甘膦酸铵组合物。

然而，在此揭示的本发明构成了制造干燥草甘膦酸铵领域的进步，甚至超过使用碳酸氢铵的已知方法。

例如，在实行涉及以固体 N - 膦酰基甲基甘胺酸与水性氢氧化铵反应的本发明时已观察到，由碳酸氢铵衍生铵阳离子每磅成本比由氢氧化铵得到等量相同阳离子成本贵 10 至 20 倍。在草甘膦酸铵的大规模商业制造中，仅仅这样的成本差异便强烈有利于本发明中使用氢氧化铵作为铵阳离子来源制造固体草甘膦酸铵的方法成为有效方法。

在此使用的名词“固体”及/或“干燥”表示制剂具有特定形状与体积，并具有抗变形的物理状态。固体可取片、屑、粒、粉等形式。此外，应了解固体制品可继而溶解于适当的稀释剂，通常及优选为水，并且如借喷雾或其它常用方法，应用于需要调节或灭绝植物的场所。

由技术观点，商业标准“湿块”（即，具有约 6 - 20 重量%之水份含量）形式的 N - 膦酰基甲基甘胺酸与化学计量的液体氢氧化铵产生黏性、“团状”产物，这种产物与进一步处理用的常规装置不相容。这类产物的物理特征完全不同于用本发明的方法产生的产物。因此，按照本发明方法，依照此方法控制草甘膦酸与氢氧化铵间反应的方式与程度，对于确保固体、自由流动（即未结块）与水溶性草甘膦酸铵产物的生成是严格的，重要的是，这样的产品可进一步调配，使之能吸收/吸附出乎意料高水平的辅料，例如表面活性剂。

依照本发明的方法，反应物混合物在氢氧化铵加入的整个步骤连续干燥及调节，以维持适当水份含量，使得产生自由流动、易于处理的粉末。该方法不仅允许在常规装置中处理，而且生成可用以制造高装载辅料的干燥草甘膦产物的草甘膦酸铵粉末。

本发明已测定，在氢氧化铵加成到草甘膦酸上时，反应物料的水份含量是本发明的关键。

实施本发明所需的氢氧化铵的量等于大约中和 95 - 105 % 酸所需的量，可由熟悉此技艺者用已知的常规分析方法测定，如借用 pH 测量法。

依照本发明的方法，湿块装于致动的与适当的常用掺合器。可加入预先决定量的亚硫酸钠以便防止可能生成亚硝基胺。虽然加亚硫酸钠对于实施本发明并非必要，而且也不影响草甘膦酸与氢氧化铵间的反应，但某些政府条规要求这类性质的产物中亚硝基胺含量低于 1ppm。经验

显示，为防止存在不可接受量的亚硝酸而加入亚硫酸钠时，加入的亚硫酸钠的有效范围为干燥的终产物重量的约 0.2 至约 1.0 %。

如果需要，接着进行预干燥步骤，在该步骤中湿块及如果需要亚硫酸钠经热风干燥系统和与掺合器配置的研磨系统连续地循环。干燥空气  
5 温度提高并恒定在约 170 至 300 华氏度，优选为 250°至 270°F，而且混合物连续地循环，直到水份终含量低于约 6 重量%。为了测定此条件是否已经存在，则要回收及分析混合物样品。如果湿块起始物的水份含量已低于约 6 重量%，则预先干燥步骤不必要。

其次，混合物持续循环时，干燥空气系统的温度实质上降到约 150  
10 至 200 华氏度。然后通过喷雾往混合器中加氢氧化铵冷溶液，以形成草甘膦酸铵反应物料。使用标准商业氢氧化铵溶液；优选为含约 29 重量%氨的溶液。因为已知液体氢氧化铵为挥发性，而且在 86 华氏度沸腾，故溶液首先冷却至约 40 至 50 华氏度。由此减少蒸发溶液而控制氢氧化铵损失及大气污染的可能性。

15 引入氢氧化铵的方式与速率非常重要。优选为通过一个或多个喷嘴，使用粗粒喷射将溶液喷到含湿块与如果存在的亚硫酸钠的掺合器内。计量喷射溶液的流速时，应使得在加入氢氧化铵及进行放热反应时，反应物料的水份含量由约 6 重量%之起初浓度一致地降低至约 2 重量%（即，干燥之重量损失或 LOD）或更低。

20 在指定的处理条件下，设计氢氧化铵喷射速率时，要能控制与氢氧化铵一起引入的水，和作为草甘膦酸与氢氧化铵间的反应产物生成的水的速率。目的是为了使用循环干燥器系统从湿块/亚硫酸钠混合物中驱除水份的速率比引入水份的速率快。

虽然试验过其它加氢氧化铵的速率，但是并未产生本发明产生的高  
25 希望产物。例如，在相同的处理条件下以高出 40 % 的速率引入氢氧化铵时，产生的草甘膦酸铵粉末具有较低的吸收容量，不适于进一步处理，例如不适于装载辅料及特别是不适于装载表面活性剂。速率超过 40 % 对反应物料的物理特征具有立即的负面效果；反应物料变成非常湿及“团状”内聚块，使其不适于本方法的完成。

30 又例如，如果草甘膦酸与亚硫酸钠混合物并未预先干燥使水分含量低于 6 重量%，那么掺合物之物质亦变成非常湿及“团状”，不适合用于完成本发明。

应了解可避免或简化预先干燥步骤，使得草甘膦酸与亚硫酸钠混合物的水份含量起初大于约 6 重量%。然而，亦已知加氢氧化铵速率在此环境下亦应缓慢至使此方法在经济上是不可行的。

5 本发明进行时，应定时取样并分析测定水份含量以便确认从反应中除水的速率应大于加水的速率。这一点只要通过观察混合物中水份含量的逐步降低便可确定。

上述处理条件应维持到所有氢氧化铵加完为止。此时，草甘膦酸铵为可进一步处理的粉状产物的形式。这类进一步处理包括：加亚硫酸钠、研磨、干燥、粒化或与辅料一块调配。

10 如果有，关于实行这些进一步处理中的哪一种的决定主要是根据产物最终使用的意图来指定。

然而，不考虑进一步处理的选择，又可视情形再加入定量亚硫酸钠。与该步骤配套，反应物料可进一步研磨使更适于进一步处理。如果立即实行例如粒化或与辅料调配一类的进一步处理，那么在此阶段就不需进  
15 一步干燥产物。然而，如果产物运送或储存超过数日，那么此时应进一步干燥至含水份量低于 1 重量% 以防止结块。

若希望使用不含任何辅料的产物作为除草剂或植物生长调节剂，则希望使产物粒化或黏聚，例如通过盘粒化与干燥或本领域中已知的其他方法。

20 如果希望产生含诸如表面活性剂、防沫剂、湿润剂等一类辅料时，则可通过在适当的装置中掺合而加入，优选地可通过捏合、挤制与干燥加入，或通过熟悉此领域的技术人员熟知的其他方法加入。

以下的实施例描述了本发明的组合物依照这些描述的方法制造。只要不作说明，百分比就都是重量百分比。

#### 25 实施例 1

在包括不锈钢螺条掺合器、诸如供应热空气的吹风锤磨机一类的适当热风干燥系统、以及配置了集尘器的工厂规模反应器系统中，该系统的各部件间通过管线连接彼此相通，将 2400 磅含大约 10 % LOD 分析水份含量的标准级 N - 膦酰基甲基甘氨酸“湿块”装入螺条掺合器立即混  
30 合。

一旦所有湿块沉积到螺条掺合器，4.8 磅固体亚硫酸钠也装到掺合器中而与湿块组合，于是立即紧密地混合。湿块与亚硫酸钠的组合然后

在热吹风研磨系统内用入口温度约 250°F 的空气循环 1 小时。然后取样，分析混合物，测定它的水份含量/LOD。

当混合物的水份含量降低至约 6 % 时，物质经干燥系统持续循环，而且至研磨机的空气入口温度降至约 170°F。

5 随着系统内的空气温度维持于大约 170°F，然后将事先冷却至 40 至 50°F 的氢氧化铵溶液（29 %  $\text{NH}_3$ ）泵入螺条掺合器中，并通过五个可调喷嘴粗粒喷射于草甘膦酸上，以形成反应物料。终量为 730 磅的液体氢氧化铵通过喷射引入。对于液体氢氧化铵建立不超过 3.5 磅/分钟的进料速率。

10 在所有氢氧化铵溶液进料所需约 3.5 小时期间，得到循环混合物的多批样品，通过分析以确定使反应物料的总水份含量逐步降低的加氢氧化铵的速率。加完氢氧化铵后，反应物料为特别适合于立即进行所需要的进一步处理的自由流动的粉状产物。

在此实例 1 发生的方法中，意图是使反应物料在以后的时间进一步处理。基于此事实，此时调节反应物料的方式应确保在储存时不结块。然而，首先应将额外及等量的亚硫酸钠装于掺合器并混合大约 10 分钟，以保证与粉状反应物料均匀分散。

其次干燥的粉状组合物经空气分类研磨机进行物理粉碎，以降低组合物的分离粒子至实质上很小及均匀尺寸。虽然因为空气分类研磨机为用于此实例 1 装置列的一部份而使用，但此研磨步骤在本发明不需实行。

20 粉碎后，产物接常规流体床干燥，以确保生成的最终产物中残余水份含量不大于 1.0 % LOD。

由包括 2400 磅草甘膦酸（即，含约 10 % 水份的“湿块”）、终共 9.6 磅亚硫酸钠（任选的）与 730 磅之液体氢氧化铵的起始物质，得到 2394 磅含大约 0.5 % 残余水份的干燥、粉状氢氧化铵的理论产率产物。

25 除了呈现非常希望的商业产物质量外，以上实例中得到的产物已证实具有优异的储存与稳定特征。事实上，适当储存时，例如，在密封的聚乙烯袋中储存时，产物已证明在实际储存 6 个月后不降解或不结块。

如以上部份详细讨论的那样，依照本发明的新方法制造的粉状反应物料/产物特别适于进一步调配，以便吸收/吸附高水平的辅料。

30 在组合中，本发明相对简单、能够使用常规装置实施、以及由氢氧化铵供给的铵阳离子成本相对低，对于粉状反应物料/产物吸收/吸附高水

平辅料能力被认为非常重要。

虽然选择特定辅料或辅料的组合容易由熟悉此技艺者决定而无需过度的实验，下面的实例 2 描述了装载表面活性剂时，粉状反应物料/产物的优异的吸附力。

5

## 实施例 2

如实施例 1 描述的方法形成的粉状反应物料/产物可用于制造含至少大约 20 重量%的高水平表面活性剂的草甘膦酸铵干燥制剂。

10 为了制造这类高负载产物，16kg 粉状反应物料/产物在如 Fuji Paudal 的夹套分批捏合器中，外套循环水温为约 80 °C，与 4kg 聚氧乙烯烷胺表面活性剂及 1.4kg 水掺合 10 分钟。形成的团然后挤制，例如，在装有约 1 毫米直径孔筛的 Fuji Paudal 双螺挤制器中挤制。所得挤制物由分离的“通心面状”短面条构成，不会黏在一起，易于方便地干燥，例如，用 Fitz-Aire 流体床干燥器，不形成不希望的大块。

15 为了解释本发明方法对于粉状反应物料/产物的吸收特征的重要性，即使依照本发明的所有处理变数制造的产物，只要其中氢氧化铵溶液的速率高出达 40 %，那么制造的产物触摸起来也是不希望地湿黏并成团状。此外，由此制造的挤制物由不希望地长的“通心面状”面条组成，黏在一起并且形成大的黏聚物。此挤制物在流体化床干燥器中很难流体化，并且造成大量干燥黏聚物的形成，为了可使用，该产品然后必须研  
20 磨并通过挤制方法再循环。

说明书附图

用氢氧化铵制备草甘膦酸的液/固方法

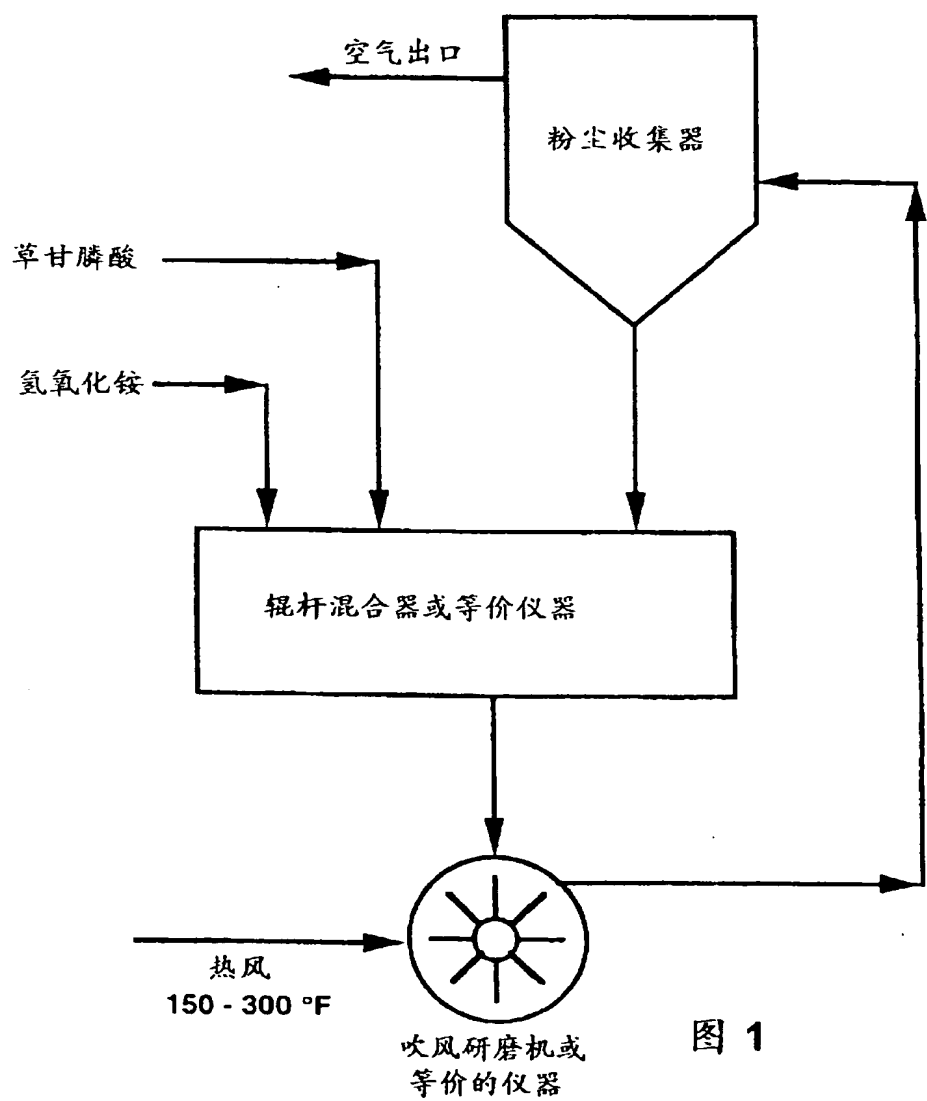


图 1